

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-268617

(43)公開日 平成7年(1995)10月17日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 14/34	A	8414-4K		
C 2 2 C 1/04	C			
G 1 1 B 7/26	5 3 1	7215-5D		
11/10	5 2 3	9075-5D		
	5 4 1 H	9075-5D		

審査請求 未請求 請求項の数17 F D (全 14 頁)

(21)出願番号 特願平6-87869	(71)出願人 ティーディーケイ株式会社 東京都中央区日本橋1丁目13番1号
(22)出願日 平成6年(1994)3月31日	(72)発明者 森田 剛 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ ーディーケイ株式会社内
	(72)発明者 川口 行雄 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ ーディーケイ株式会社内
	(72)発明者 松渕 幸子 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ ーディーケイ株式会社内
	(74)代理人 弁理士 石井 陽一

(54)【発明の名称】 A1合金スパッタ用ターゲットおよびその製造方法

(57)【要約】

【目的】 膜中の合金組成が均一で特性のバラツキが少なく、合金構成成分の含有率が高いため金属反射層等の熱伝導率が低下した金属膜の成膜に用いることができ、ボンディング工程での汚染がなく、スパッタレートが向上し、加工性が改善されて加工取りしろが少ないA1合金スパッタ用ターゲットとその製造方法とを提供する

【構成】 A1-M合金（ただしMは、Mg、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Fe、Co、Ni、CuおよびZnのうちの1種以上）から形成され、鏡面加工をして走査型電子顕微鏡観察を行ったとき、平均粒径5μm以下の前記Mリッチの微細粒を含有するグレインをもち、ターゲット部と、その後方に一体的に連続し、それより幅広のバッキングプレート部を有する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 A1-M合金（ただしMは、Mg、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Fe、Co、Ni、CuおよびZnのうちの1種以上である）から形成されており、鏡面加工をして走査型電子顕微鏡観察を行ったとき、平均粒径5μm以下の前記Mリッチの微細粒を含有するグレインをもち、ターゲット部と、その後方に一体的に連続し、それより幅広のバックキングプレート部を有するA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項2】 前記Mの含有量が1～40wt%である請求項1のA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項3】 さらにSiを0.02～1.0wt%含有する請求項1または2のA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項4】 前記MがNiであり、Ni含有量が2～40wt%である請求項1～3のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項5】 前記グレインの平均径が1μm～1mmである請求項1～4のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項6】 前記微細粒が、前記グレイン中に面積比で5～80%存在する請求項1～5のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項7】 前記グレイン周囲にバウンダリー層を有し、このバウンダリー層中にMリッチの第2の微細粒を有する請求項1～6のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項8】 前記第2の微細粒の平均粒径が0.1～10μmである請求項7のA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項9】 前記第2の微細粒が、前記バウンダリー層中に面積比で5～80%存在する請求項7または8のA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項10】 A1-M合金の粉末を加圧成形した請求項1～9のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項11】 請求項1～12のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲットであつて、

前記バックキングプレート面のうち、少なくとも冷却媒体と接触する部分が、耐食性被膜を有するA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項12】 前記耐食性被膜がCu、NiおよびCrのうち1種以上を含む被膜である請求項11のA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項13】 光記録媒体の反射膜の成膜に用いる請求項1～12のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲット。

【請求項14】 A1-M合金を溶融して高速急冷法により粉末とし、得られたA1-M合金の粉末を加圧成形

し、切削加工するA1合金スパッタ用ターゲットの製造方法。

【請求項15】 前記加圧成形が、A1の融点未満の温度で行われる請求項14のA1合金スパッタ用ターゲットの製造方法。

【請求項16】 前記高速急冷法により得られた微細粉末に、さらにMリッチの微細粒を添加して加圧成形する請求項14または15のA1合金スパッタ用ターゲットの製造方法。

10 【請求項17】 前記A1-M合金の粉末中にMリッチの微細粒が存在する請求項14～16のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲットの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、金属薄膜の製造に用いるA1合金スパッタ用ターゲットに関する。

## 【0002】

【従来の技術】各種光記録媒体が実用化されているが、そのうち、光磁気記録媒体は情報容量が大きい点で有望視され、近年その開発進歩が著しい。光磁気記録媒体は、透明基板上に、誘電体層を介して記録層磁性膜を設けて構成されている。そして、最近では、記録層上に第2の誘電体層を設け、記録層を一対の誘電体層で挟持するとともに、その最上層に金属反射層を設け、再生信号の出力を高めている。

【0003】このような金属反射層としては、光反射率やコストの点でA1ないしA1合金が有望とされている。そのうちでも特公平5-24571号公報によれば、特にA1-Ni合金が、A1単独の反射層で発生する白濁を防止するためにすぐれているとされている。そして、特開昭61-194664号公報では、A1-Ni合金のうち、Niを2～10at%含むものが記録感度や再生のC/Nの点ですぐれているとされている。このような金属反射層の成膜には、一般に製造の容易さ等の理由でスパッタ法が用いられている。

【0004】このような金属反射層では、その熱伝導率を低下させることで記録感度をさらに高めることができる。そこで、A1合金の熱伝導率を低下させるためには、Ni含有量を増加させたスパッタ用ターゲットを用い、熱伝導率を低下させた金属反射層を成膜することが望ましい。

【0005】しかし、例えばNi含有量を増加させたA1-Ni合金スパッタ用ターゲットは、従来法である押し出し成形法により製造した場合、膜質が均一とならず、Niリッチ相がターゲット面上で偏析してしまう。そして、このようなA1-Ni合金スパッタ用ターゲットを用いて成膜した金属反射層中のNiの含有量分布が不均一になりやすく、金属反射層としての特性のバラツキ等が生じ、所望の特性が得られない。

50 【0006】このようなA1-Ni合金の他、A1と、

Mg、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Fe、Co、CuおよびZn等とその合金をターゲットとするときも同様の現象が生じる。

【0007】また、スパッタを行なうに際し、従来はターゲット材を円板状に加工し、例えばCu、またはCu合金製のバックキングプレートに低融点のボンディング材を用いて接着して用いている。

【0008】このため、ターゲット部がボンディング工程で汚染されたり、スパッタレートアップのために過大な電力を投入すると、ボンディング材が溶融して真空雰囲気を汚染して成膜中の薄膜の品質を劣化させたり、さらにターゲット部がバックキングプレートから剥離する事故もある。

【0009】ボンディング材を用いない方法として、ターゲット部とバックキングプレート部とを異なる金属で構成し、爆着法等の機械的・熱的方法で直接接合して一体化されたターゲット、あるいはターゲット部とバックキングプレート部とを同一金属で一体に成形したターゲット等(特開平4-143269号公報)が開示されている。

【0010】前記特開平4-143269号公報に開示されているターゲットのうち、異なる金属で構成したものは、ターゲット部に異種金属であるバックキングプレート部の金属が浸透するため、ターゲット部の厚さをスパッタ源としてすべて利用することができない。また、膨張率の違いによるそりが生じやすい。

【0011】一方、同一金属で一体に成形したターゲットは、このような制限はなく、冷却媒体や真空雰囲気に対する耐圧限界までスパッタ源として利用することができる。しかし、ターゲットが冷却媒体によって腐食されやすく、使用中に冷却効率が低下したり、ターゲットの着脱時の傷により、気密性が劣化したりしやすい。また、このようなターゲットを従来の圧延、押出し、鋳造等の方法で製造されたものは、さらに製造時の圧力で生じた異方性による不均一な変形や金属間化合物の異常粒成長等による難加工性等もある。このため、同一金属で一体に成形したターゲットは従来用いられていなかった。

### 【0012】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、例えば光磁気記録媒体等の金属反射層などの成膜に用いたとき、膜中の合金組成が均一で、金属反射層等の特性のバラツキが少なく、さらに合金構成成分の含有率を高くすることが可能で、金属反射層等の熱伝導率を低下させることができ、例えばより一層高い記録感度をもつ光磁気記録媒体等の光記録媒体が得られ、さらにボンディング工程での汚染がなく、スパッタレートが向上し、加工性が改善され、加工取りしろの少ないA1合金スパッタ用ターゲットとその製造方法とを提供することである。

### 【0013】

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記(1)～(17)の本発明により達成される。

(1) A1-M合金(ただしMは、Mg、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Fe、Co、Ni、CuおよびZnのうちの1種以上である)から形成されており、鏡面加工をして走査型電子顕微鏡観察を行ったとき、平均粒径 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以下の前記Mリッチの微細粒を含有するグレインをもち、ターゲット部と、その後方に一体的に連続し、それより幅広のバックキングプレート部を有するA1合金スパッタ用ターゲット。

(2) 前記Mの含有量が1～40wt%である上記(1)のA1合金スパッタ用ターゲット。

(3) さらにSiを0.02～1.0wt%含有する上記(1)または(2)のA1合金スパッタ用ターゲット。

(4) 前記MがNiであり、Ni含有量が2～40wt%

である上記(1)～(3)のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲット。

(5) 前記グレインの平均径が $1\text{ }\mu\text{m}$ ～ $1\text{ mm}$ である上記(1)～(4)のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲット。

(6) 前記微細粒が、前記グレイン中に面積比で5～80%存在する上記(1)～(5)のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲット。

(7) 前記グレイン周囲にバウンダリー層を有し、このバウンダリー層中にMリッチの第2の微細粒を有する上記(1)～(6)のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲット。

(8) 前記第2の微細粒の平均粒径が $0.1\text{ }\mu\text{m}$ ～ $10\text{ }\mu\text{m}$ である上記(7)のA1合金スパッタ用ターゲット。

(9) 前記第2の微細粒が、前記バウンダリー層中に面積比で5～80%存在する上記(7)または(8)のA1合金スパッタ用ターゲット。

(10) A1-M合金の粉末を加圧成形した上記(1)～(9)のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲット。

(11) 上記(1)～(12)のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲットであって、前記バックキングプレート面のうち、少なくとも冷却媒体と接触する部分が、耐食性被膜を有するA1合金スパッタ用ターゲット。

(12) 前記耐食性被膜がCu、NiおよびCrのうち1種以上を含む被膜である上記(11)のA1合金スパッタ用ターゲット。

(13) 光記録媒体の反射膜の成膜に用いる上記(1)～(12)のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲット。

(14) A1-M合金を溶融して高速急冷法により粉末とし、得られたA1-M合金の粉末を加圧成形し、切削加工するA1合金スパッタ用ターゲットの製造方法。

(15) 前記加圧成形が、A1の融点未満の温度で行われる上記(14)のA1合金スパッタ用ターゲットの製造方法。

(16) 前記高速急冷法により得られた微細粉末に、さ

らにMリッチの微細粒を添加して加圧成形する上記(14)または(15)のA1合金スパッタ用ターゲットの製造方法。

(17) 前記A1-M合金の粉末中にMリッチの微細粒が存在する上記(14)～(16)のいずれかのA1合金スパッタ用ターゲットの製造方法。

#### 【0014】

【作用および効果】本発明のスパッタ用ターゲットは、A1-M合金（ただしMは、Mg、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Fe、Co、Ni、CuおよびZnのうちの1種以上である）である。そして、好ましくはA1-M合金を溶融して高速急冷法により粉末とし、得られた粉末を、好ましくはA1の融点未満の温度で加圧成形し、旋削加工して得られるもので、平均粒径5μm以下のMリッチの微細粒を含有するグレインをもつ。さらに、ターゲット部と、その後方に一体的に連続し、ターゲット部より幅広のバッキングプレート部を有する。

【0015】この場合、微細粒は全体のM含有量よりもM過剰の金属間化合物を主体とし、全体のMの含有量は、好ましくは1～40wt%である。このターゲットは、従来の押出し成形法により製造したA1-M合金スパッタ用ターゲットと比較して、Mの組成が均質である。

【0016】例えばMとしてNiを用いたとき、直径5インチ（約127mm）のA1-Ni合金スパッタ用ターゲットのスパッタ面を、縦および横方向にそれぞれ直径の1/6の長さで等間隔に区切り、得られた32区画のNiの平均含有量を測定すると、押出し成形法によるターゲットでは、Niリッチ相の微細粒は比較的均一に分布しているが、一軸方向に配向するので区画ごとのNiの平均含有量が変化しており、区画ごとの平均含有量のバラツキは全体としてのNi含有量増加させると著しくバラツいてしまう。すなわち、押出し成形法では、Ni含有量を例えば6wt%超とすると、押出し方向に縞状にNiリッチ相が偏析・偏在し、前記の区画ごとの平均含有量が同一のターゲットを製造することはできない。

【0017】一方、本発明のA1-Ni合金スパッタ用ターゲットでは、Niリッチの微細粒はグレイン内部、あるいはこれに加えグレイン近傍のバウンダリー層に偏在してはいるが、前記の区画内のNiの平均含有量は、Ni含有量が多くても区画間ではほぼ同一である。

【0018】本発明によれば、より一層高いM含有量とすることにも、M量が均質なA1-M合金スパッタ用ターゲットを製造することができる。従って、本発明のA1-M合金スパッタ用ターゲットを用いることで、M含有率を多くして、熱伝導率が低く、より一層高い記録密度をもつ光磁気記録媒体用等の金属反射層等の成膜が可能となる。

【0019】また、光磁気記録媒体、例えばミニディス

クでは、ブロックエラーレート（BLER）が特に3.0×10<sup>-2</sup>以下となる記録パワー下限値（P<sub>min</sub>）に対し、P<sub>min</sub>×1.4として表わされる最適記録パワー（P<sub>0</sub>）、すなわち光磁気記録媒体に記録するための記録書き込み光の最適パワーが、低ければ低いほど記録感度は高くなる。このP<sub>0</sub>は、例えばMとしてNiを用いたとき、金属反射層厚が同じであれば、A1-Ni合金製金属反射層のNi含有率が高いほど低下し、金属反射層厚が薄いほど低下する。このときNi含有率が高いほど金属反射層厚の変化に対するP<sub>0</sub>の変化も小さくなる。

【0020】すなわち、金属反射層の製造に際し、膜厚を厚くしてもP<sub>0</sub>は高くならず、製造上の膜厚制御マージンが広がり、また膜厚を薄くせざるをえなくなつて反射性が低下したり、高温高湿下での耐食性が低下するということも無くなり製造上の大きなメリットとなる。

【0021】またさらに、本発明あるいは押出し成形法により製造したA1合金スパッタ用ターゲットを用いてその直上に基板を固定してスパッタを行ない、得られた

20 金属層について、ターゲット中心から径方向にM含有率を測定すると、押出し成形法によるターゲットを用いた場合、金属層中のM含有率は、ターゲット中心付近でM含有率が低く、測定位置を径方向に移動していくと、M含有率は大きく増加していく。しかし、本発明のターゲットを用いた場合には、ターゲット中心付近では、ターゲットのM含有率とほぼ同等の薄膜が安定して得られ、また金属層中のM含有率の径方向の変化も格段と小さい。

【0022】このように、本発明のA1-M合金スパッ30 タ用ターゲットを用いることで、スパッタの際のターゲット中心から径方向の位置の違いによる金属反射層中のM含有率の変化が小さく、特にターゲット直上付近での薄膜中のM含有率がターゲット組成とほぼ等しいという特段の効果が合わせて得られる。このような効果は、本発明のターゲットによりはじめて得られた効果である。

【0023】さらに、本発明のA1-M合金スパッタ用ターゲットは、ターゲット部と、その後方に一体的に連続し、ターゲット部より幅広のバッキングプレート部を有するため、ターゲット部とバッキングプレート部とを接合するためのボンディング材を含まない。このためターゲットへのボンディング材の拡散や真空雰囲気の汚染がなく、より大きな電力を投入することが可能になり、スパッタレートをアップさせることができ、より一層高い品質の薄膜を提供することができる。

【0024】また、本発明のA1-M合金は異方性がなく、金属間化合物の異常粒成長もないため、スパッタ時の不均一な変形がなく、さらに製造時の加工性が良好で加工時間が短く、加圧成形するため加工取りしきが少ない。

50 【0025】また、冷却媒体がバッキングプレートと直

接接触する直冷式のスパッタ装置に用いる場合は、好ましくは冷却媒体と接触する部分が耐食性被膜を有する。このため、腐食による冷却効率の低下も生じない。

#### 【0026】

【具体的構成】以下、本発明の具体的構成について詳細に説明する。

【0027】本発明のA1合金スパッタ用ターゲットは、A1-M合金（ただしMは、Mg、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Fe、Co、Ni、CuおよびZnのうちの1種以上である）から形成されており、平均粒径 $5\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $0.01\sim2\mu\text{m}$ の前記Mリッチの微細粒を含有するグレインをもつ。そして、ターゲット部と、その後方に一体的に連続し、それより幅広のバックキングプレート部を有する。

【0028】本発明のA1合金スパッタ用ターゲットのMの含有量は、好ましくは $1\sim40\text{wt\%}$ である。M含有量が少なすぎると、本発明の実効が少なくなり、また例えば金属反射層を成膜したとき、金属反射層の熱伝導率が高くなりやすく、媒体の記録感度が低下してくる。また多すぎても本発明の実効が少なくなる他、例えば金属反射層として良好なアモルファス状態や結晶状態を維持できなくなったりして、金属反射層としての反射率が低下しやすくなり、媒体のC/N比も劣化してくる。

【0029】また、本発明のA1合金スパッタ用ターゲットには、さらにSiを好ましくは $0.02\sim1.0\text{wt\%}$ 、より好ましくは $0.03\sim0.8\text{wt\%}$ 、特に好ましくは $0.1\sim0.2\text{wt\%}$ 含有する。Siを上記範囲含有することで、A1合金スパッタ用ターゲットの熱伝導率がより一層低下する。含有量が少なすぎるとSiによる熱伝導率の低下効果が得られにくく、多すぎるとSiの分布が不均一になりやすく、このようなターゲットを用いて成膜しても、均質な膜になりにくい。

【0030】次に、本発明のA1-M合金スパッタ用ターゲットのMとして最も好ましいNiを用い、特にミニディスク等の光磁気記録媒体の金属反射層を成膜する場合を例として説明する。なお、Ni以外の前記Mでも、そのマイクロストラクチャー等は以下と同様である。

【0031】本発明のA1-M合金スパッタ用ターゲットのMとしてNiを用いる場合は、Ni含有量が $2\sim40\text{wt\%}$ 、より好ましくは $3\sim20\text{wt\%}$ 、特に $6\sim10\text{wt\%}$ であることが好ましい。Ni含有量が少なすぎると、例えば金属反射層を成膜したとき、前記のように、金属反射層の熱伝導率が高くなりやすく、記録感度が低下してくる。また多すぎると、金属反射層の反射率が低下しやすくなり、C/N比が劣化してくる。

【0032】このような範囲でNiを含有し、後述する方法で製造した本発明のA1-Ni合金スパッタ用ターゲットは、平均粒径 $5\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $0.01\sim2\mu\text{m}$ のNiリッチの微細粒を含有するグレインを

もつ。すなわち、ターゲット表面を例えばダイアパウダーによりスズ定盤上でボリッシングして鏡面加工したのち、走査型電子顕微鏡（SEM）による観察を行なうと、粒界が明確に確認されるグレインをもつ。本明細書において、Niリッチの微細粒を含有するグレインとは、このような処理で確認されるグレインをいう。一方、押出し成形法により製造したA1-Ni合金スパッタ用ターゲットでは、前記の鏡面加工後、さらに塩化鉄水溶液でエッチング加工を施してはじめてグレインが確認されることはあるが、前記の鏡面加工のみではグレインは確認されない。

【0033】グレインの平均径は、好ましくは $1\mu\text{m}\sim1\text{mm}$ 、より好ましくは $2\sim100\mu\text{m}$ である。この場合、平均粒径や平均径は、SEM視野下での50個程度のグレインの最大長辺の平均で表わす。そして、Niリッチ（Mリッチ）微細粒はSEM視野下、一定量グレイン内に存在し、好ましくはグレイン中に面積比で $5\sim80\%$ 、より好ましくは $15\sim50\%$ 存在する。そして、グレインのほとんどが、主に球状あるいは偏平状に近い形状をもつ。

【0034】さらに、このようなグレイン周囲には通常バウンダリー層が存在し、このバウンダリー層中にもNiリッチの第2の微細粒を有する。そしてこの第2の微細粒は、主にグレイン近傍に存在し、平均粒径としては $0.1\sim10\mu\text{m}$ 、より好ましくは $2\sim5\mu\text{m}$ で、バウンダリー層中に面積比で $5\sim80\%$ 、より好ましくは $15\sim60\%$ 存在する。これら、グレイン中のNiリッチの微細粒や、バウンダリー層中に存在する第2の微細粒は、主に金属間化合物NiAl<sub>3</sub>を主体とし、さらに、A1-Ni合金中のNi含有量が $25\sim40\text{wt\%}$ の場合、Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>やNiAl等の合金（金属間化合物）として存在することもある。これらは、X線回折（XRD）により確認することができる。なお、バウンダリー層の厚さは $5\sim20\mu\text{m}$ 程度、また、面積比は $0\sim30\%$ 、特に $5\sim20\%$ であることが好ましい。ただし、後述する加圧成形法、特に加熱を伴わない成形を行なう場合は、上記のようなバウンダリー層がほとんど存在せず、グレイン近傍にNiリッチの微細粒が存在する層のみ有する場合もある。この場合、Niリッチの微細粒とともに空隙が存在することもある。なお、このようなA1-Ni合金スパッタ用ターゲットのNiリッチの微細粒等は特にSEMによる組成像からの確認が有効である。また、このようなNiリッチ相を除く部分は、実質的にアルミニウム相であり、さらに、これらの組成成分のほかに、ターゲット組成中には原料の不純物等に由来する例えばOやN等が $100\text{ppm}$ 程度以下含まれていてよい。

【0035】以上では、前記MとしてNiを用いたときについて説明してきたが、Ni以外の金属を用いた場合のA1合金中の好ましいM含有量や、グレイン中のMリ

ッチの微細粒およびバウンダリー層中に存在する第2の微細粒の、存在形態等を以下に示す。

【0036】MがMgの場合、A1中のM含有量は2～40wt%が好ましい。またMリッチの微細粒としては金属間化合物A1Mgの $\beta$ 相が偏析する。MがTiの場合、A1中のM含有量は2～40wt%が好ましい。またMリッチの微細粒は主にTiAl<sub>3</sub>が主体となる。MがZrの場合、A1中のM含有量は1～30wt%が好ましい。また、Mリッチの微細粒は主にZrAl<sub>3</sub>が主体となる。MがHfの場合、A1中のM含有量は1～30wt%が好ましい。MがVの場合、A1中のM含有量は1～20wt%が好ましい。またMリッチの微細粒は主にVA<sub>16</sub>やVA<sub>15</sub>が主体となる。MがNbまたはTaの場合、A1中のM含有量はいずれの場合も1～30wt%が好ましい。MがCrの場合、A1中のM含有量は1～20wt%が好ましい。またMリッチの微細粒は主にCrAl<sub>7</sub>を主体とし、さらにM含有量が10～20wt%の場合、Cr<sub>12</sub>Al<sub>11</sub>、CrAl<sub>4</sub>として存在することもある。MがMoの場合、A1中のM含有量は1～20wt%が好ましい。またMリッチの微細粒は主にWA<sub>12</sub>が主体となる。MがMnの場合、A1中のM含有量は1～30wt%が好ましい。またMリッチの微細粒は主にMnAl<sub>6</sub>やMnAl<sub>4</sub>が主体となる。MがFeの場合、A1中のM含有量は2～40wt%が好ましい。またMリッチの微細粒は主にFeAl<sub>3</sub>やFe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>が主体となる。MがCoの場合、A1中のM含有量は1～30wt%が好ましい。またMリッチの微細粒は主にCo<sub>2</sub>Al<sub>9</sub>を主体とし、さらにM含有量が20～30wt%の場合、Co<sub>4</sub>Al<sub>13</sub>、Co<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>として存在することもある。MがCuの場合、A1中のM含有量は1～30wt%が好ましい。またMリッチの微細粒は主に金属間化合物AlCuの $\beta$ 相が偏析する。MがZnの場合、A1中のM含有量は1～30wt%が好ましい。またA1-ZnはZnの重力偏析が生じる。

【0037】さらに、本発明のA1合金スパッタ用ターゲットでは、A1合金を形成するMは、例示したこれらの金属単独のみでなく、これらの金属が2種以上含まれたものであってもよい。

【0038】本発明は、グレインの平均径やグレイン中のこのようなMリッチの微細粒の平均粒径や存在比率、さらにバウンダリー層中の第2の微細粒の平均粒径や存在比率を上記のように制御する。このようなMリッチ微細粒の分布は、グレイン内部およびその近傍に存在する点では微視的には局在的ではあるが、巨視的にはほぼ等方的である。従って、M含有量をより高いものとしても、前記の押出し成形法により得られるターゲットのようなM組成のバラツキがなく、M組成が均質なA1合金スパッタ用ターゲットが得られる。従って、媒体の反射

層として用いる場合、C/N比の劣化なしに記録感度をより一層高くすることが可能である。さらに、金属反射板の膜厚変化に対するP<sub>0</sub>の変化が小さくなり、製造上のマージンが広いというメリットももつ。また、前記のように、スパッタの際のターゲット直上を中心とし、その中心からの位置による金属反射層中のM含有率の変化が少ないというすぐれた効果も得られる。このような効果は、Mとして前記いずれの金属を用いても得られるが、これらのMのうちではNiを用いると最も高い効果が得られる。

【0039】他方、押出し成形法による合金ではこのようなグレインやバウンダリー層、さらにはMリッチの微細粒の局在的ではあるがほぼ等方的な分布は認められない。押出し成形法により得たターゲットを用いるスパッタにより得られた金属反射層は、ターゲット直上を中心とすると、その中心付近のM含有率が低くなる。さらに、金属反射層の径方向のM含有率はターゲット直上中心からなれるにつれて増加する。さらに、ターゲットのM含有量が高くなるにつれて、Mリッチの微細粒がターゲット内で押出し方向と平行の綱状に不均一に分布するので、ターゲットのM含有量が一定しない。このため、このようなターゲットを用いて成膜した金属反射層のM含有率は均一になりにくい。すなわち、用いるターゲットのM含有量を高くできないため、金属反射層のM含有率を高くできず、これを光磁気記録媒体としたとき、記録感度を高くすることができない。

【0040】本発明のA1合金スパッタ用ターゲットは、前記のようなM含有量のA1-M合金を溶融して高速急冷法により粉末とし、得られた微粉末を加圧成形し、切削加工することで得ることができる。

【0041】以下にMとしてNiを用いて本発明のA1合金スパッタ用ターゲットの製造方法を説明する。

【0042】合金の原料としては、原料金属としてA1およびNiを用い、Ni含有量が前記範囲となるように秤量して混合し、アークメルト法、高周波誘導溶解炉法等により700～1000°Cで溶融して高速急冷法により粉末とすればよい。高速急冷法としては、いずれの方法も用いることができ、各種冷却ロール法、遠心急冷法、アトマイズ法等を用いることができるが、球状あるいは偏平状の粉末を容易に得ることができることから、特にガスマトマイズ法が好ましい。用いるガスとしてはN<sub>2</sub>またはAr、Heその他の不活性ガスを用いることが好ましい。

【0043】前記溶融に際し、MとしてNi以外の金属を用いる場合は、用いる溶融温度としては、700～2000°C程度の範囲から、用いる金属により最適な温度を選択すればよい。

【0044】また、粉末の大きさとしては、最大長辺が平均で1μm～1mm、より好ましくは2～100μmである。大きすぎると高速急冷されにくく、Niリッチ粒

11

が微粒子化しにくい。また小さすぎると加圧成形が難しくなる。

【0045】得られた粉末は、加圧成形する。加圧成形する方法は、どのような方法であってもよく、たとえば通常の加圧成形法、ホットプレス法(H.P.)、あるいは熱間静圧プレス法(H.I.P.)等を用いることができる。

【0046】例えばH.P.法を用いる加圧成形法としては、得られた粉末を、例えばグラファイト製等の型に充填し、加圧成形する。加圧成形条件は、A1の融点以下の温度であって、通常は室温以上の温度で、より好ましくは400~650°Cで、100kg/cm<sup>2</sup>~1000kg/cm<sup>2</sup>、5秒~1時間行なえばよい。

【0047】このとき、加熱後の冷却は、好ましくは100~500°C/時間、より好ましくは300~500°C/時間の速度で冷却する。冷却する速度が遅すぎると、例えばバウンダリー層等に含まれるNiリッチの微細粒の平均粒径が局部的に大きくなりすぎることがあり、また速すぎると、生産性が低下する。さらに、加圧成形時の温度が高すぎるとA1が溶融してしまい、Niリッチの微細粒を含有するグレインおよびバウンダリー層をもつ構造が消失する傾向がある。

【0048】この際、加圧成形する方法としては、前記高速急冷法により得られた粉末に、さらにNiリッチの微細粒を添加して混合したのちに加圧成形してもよい。ここで添加するNiリッチの微細粒としては、例えばNi<sub>3</sub>A<sub>13</sub>、Ni<sub>2</sub>A<sub>13</sub>、Ni<sub>3</sub>A<sub>1</sub>、Ni<sub>3</sub>A<sub>1</sub>等のNiを含有するA1合金(金属間化合物)やNiであって、平均粒径が0.1~10μm、より好ましくは2~5μmである。この場合の加圧成形の条件としては、前記と同様であるが、例えば加圧を室温程度の温度で行う場合は特に、1~5t/cm<sup>2</sup>、1秒~10分程度とすることが好ましい。Niリッチの微細粒を添加、混合して加圧成形する場合、加圧成形時の温度は、前記温度範囲で加熱しても、また加熱せずに例えば室温程度でおこなってもよいが、バウンダリー層を形成させたり、バウンダリー層中にNiリッチ相を析出させたりする目的で加熱することが好ましい。なお加圧成形時に、バウンダリー層を形成させたり、バウンダリー層中にNiリッチ相を析出させたりする程度に加熱せずに圧粉する場合、グレイン間に空隙が存在する場合がある。

【0049】なお、MとしてNiを例に製造方法を説明したが、Ni以外の前記M金属であっても同様である。また、前記高速急冷法により得られた粉末に、さらにMリッチの微細粒を添加して混合した後に加圧成形する場合、用いるMリッチの微細粒としては、前記Niリッチの微細粒以外に、前記高速急冷法の原料として用いた前記Mの金属とのA1合金や、前記Mであってよい。具体的には、前記した各M金属のA1合金や金属間化合物等および各M金属が挙げられる。

【0050】また、用いるMリッチの微細粒の金属種

12

は、複数であってもよく、さらに前記高速急冷法により得られた粉末に含まれるMの金属種と同一でなくてもよい。

【0051】前記加圧成形に際して用いる型としては、得られた成型体が、可能な限り最終製品形状に近いものであることが好ましい。加圧成形法では、このような、ニアネットシェイプ成形を容易に行なうことが可能であり、この結果、加工取りしろが少なく原料使用効率のすぐれた製造方法が実現する。なお、このようなニアネットシェイプ成型は、従来の圧延、押出し、鋳造等の方法では実現することが難しく、加工取りしろが多くなりやすい。

【0052】また、切削加工は、加圧成形で得られた成型体を目的のターゲット形状に整形するために行なう。切削加工方法としては、目的のターゲット形状とするために通常用いられる手段を用いればよく、特に制限はない。例えば旋削加工(旋盤加工)、フライス加工、ミーリング加工等の公知の方法を組み合わせて行なえばよい。

【0053】なお、切削加工に際し、本発明の方法で得られた成型体の、グレイン中やバウンダリー層中に析出した微細粒には異常粒成長や異方性がほとんどなく、このため加工性が極めてすぐれている。一方、熱伝導率低下のため、M含有率を高くして従来法で製造した成型体では、異常粒成長が生じたり、異方性があつたりして、複雑な形状への加工性が悪くなりやすい。

【0054】通常、得られたターゲットは、加工に際して付着した潤滑剤その他の油脂等の汚染物質を除くため、イソプロピルアルコール(I.P.A.)、エチルアルコール、アセトン等の有機溶剤等を用いて蒸気洗浄を行ない、使用される。

【0055】図1に本発明のA1合金スパッタ用ターゲットの一例と、スパッタ装置の一部を示す模式部分断面図を示す。冷却方式は直冷式の一例である。

【0056】A1合金スパッタ用ターゲット1は、ターゲット部2と、ターゲット部2より幅広のフランジ部6を有するバッキングプレート部3とからなる。ただし、冷却媒体と直接接触する直冷式のスパッタ装置11に用いるA1合金スパッタ用ターゲット1では、好ましくは耐食性被膜5が設けられる。

【0057】バッキングプレート部3のフランジ部6には、スパッタ装置11と固着するためのねじ穴4構造が設けられており、パッキン12により冷却媒体21の密閉性を保っている。なお、固着手段としては、図示したねじ穴に限らず、冷却媒体21の密閉性が保てる方法であれば制限はない。したがって、フランジ部6形状は固着手段に適用可能な形状とすればよい。

【0058】また、図2には、冷却媒体21が、冷却部13を介して、A1合金スパッタ用ターゲット1のバッキングプレート部3を冷却する間冷式のスパッタ装置11の一例を示す。冷却部13は、銅やその合金等熱伝導

50

## 13

率の高い材質の薄膜で形成したものであることが好ましい。本発明のA1合金スパッタ用ターゲット1をこのような間冷式スパッタ装置11に用いる場合は、耐食性被膜5を設ける必要はない。

【0059】A1合金スパッタ用ターゲット1は、通常ディスク状であり、ターゲット部2の径は、101.6～457.2mm程度、厚さは3～8mm程度で、バッキングプレート部3の径は、120～500mm程度、厚さは3～10mm程度である。

【0060】直冷式スパッタ装置11に用いるA1合金スパッタ用ターゲット1に好ましく設けられる耐食性被膜5としては、熱伝導率が高く、用いる冷却媒体により腐食されにくい材質であれば特に制限はないが、例えばCu、Ni、Cr等のうち1種以上を含む被膜であればよい。設ける方法についても、公知の方法を用いればよく、メッキ法、蒸着法、スパッタ法等が可能である。また、その厚さは1～20μm程度とする。

【0061】パッキン12の材質は、通常このような目的で用いられるもので、用いる冷却媒体21により短期間に変質しないものであればどのようなものでもよい。冷却媒体21は、通常用いられているものであれば特に制限はなく、例えば水等をもちいればよい。

【0062】このようにして得られた本発明のA1合金スパッタ用ターゲットのグレインには、加圧成形方向と平行の方向と垂直の方向とで異方性を有することもあるが、グレイン中やバウンダリー層中に析出した微細粒には異方性が認められない。

【0063】本発明のA1合金スパッタ用ターゲットは、例えば光記録媒体等の光記録媒体の金属反射層を成膜するためのスパッタ用ターゲットとして好適である。すなわち、光磁気記録媒体は、透明基板上に誘電体層を介してTb<sub>20</sub>Fe<sub>74</sub>C<sub>6</sub>等の記録層磁性膜を設けて構成されている。そして、最近では、記録層磁性膜上に第2の誘電体層を設け、記録層を一对の誘電体層で挟持するとともに、その最上層には金属反射層を設けて再生信号の出力を高めているが、このような金属反射層を成膜する際に好適に用いられる。

【0064】本発明のA1合金スパッタ用ターゲットを用いて成膜した光磁気記録媒体等の光記録媒体の金属反射層の膜厚は400～1500Å程度が好ましい。膜厚が薄すぎると金属反射層としての効果が無くなり、出力やC/Nが低下しやすい。また厚すぎると感度が低下する傾向がある。

【0065】なお、これまで光磁気記録媒体を例に述べてきたが、本発明のA1合金スパッタ用ターゲットは、これ以外の各種光記録媒体の製造にも用いることができる。

## 【0066】

【実施例】以下、本発明を実験例、実施例、比較例およ

## 14

び試験例によって具体的に説明する。

## 【0067】実験例1

原料A1とNiとをNi含有量が6wt%および8wt%となるように秤量、混合し、それぞれ700°Cで溶融した。これをそれぞれN<sub>2</sub>ガスを用いるガストマザイズ法により、平均粒径が50μmの粉末を得た。この粉末を、グラファイト製の型に充填し、640°C、130kg/cm<sup>2</sup>、10<sup>-2</sup>Torrで10分間加圧成形を行い、直径127mm、厚さ5mmの加圧成形体試料1(Ni含有量6wt%)および加圧成形体試料2(Ni含有量8wt%)を得た。

【0068】得られた試料の表面を前述の方法で鏡面加工し、走査型電子顕微鏡(SEM)で得られた組成像を図3(Ni含有量6wt%)および図4(Ni含有量8wt%)に示す。それぞれ倍率の異なる組成像として(a)および(b)に示した。

## 【0069】実験例2

Ni含有量を6wt%としたほかは実験例1と同様にして原料を700°Cで溶融した後、450°C、押出比1/10で押出し成形を行い、押出し成形試料1を得た。

【0070】得られた試料の押出し方向に対して平行の方向の断面と、垂直の方向の断面とについて、実験例1と同様にしてSEMによる組成像を得、図5(押出し方向に平行)および図6(押出し方向に垂直)に示した。それぞれ倍率の異なる組成像として(a)および(b)に示した。

【0071】図3および図4に示すように、表面を前述の方法で鏡面加工した加圧成形体のA1-Ni合金スパッタ用ターゲットのSEMによる組成像では、白く示されているNiリッチの微細粒を含有するグレインが認められ、さらにグレイン近傍のバウンダリー層中に平均粒径の大きなNiリッチの第2の微細粒が存在することがわかる。これに対し、表面を前述の方法で鏡面加工しても、押出し成形試料1では、図5および図6に示すように、グレインが認められない。

## 【0072】実験例3

実験例1で得た加圧成形体試料1をターゲットとして用い、高周波マグネットロンスパッタにより、半径150mmのガラス製基板に対してスパッタを行って、膜厚600ÅのA1-Ni合金アモルファス薄膜(加圧成形薄膜1)を成膜した。なお、RFパワーは750Wとし、ターゲット中心と基板中心を一致させて直上固定とした。

【0073】得られた薄膜の中心から径方向に、表1に示す部分のNi含有率を誘導結合プラズマ発光分光分析(ICP)により測定した。得られた結果を表1に示す。

## 【0074】

## 【表1】

中心から径方向 の距離 (mm)	Ni 含有率 (wt%)	
	押出成形薄膜 1	加圧成形薄膜 1
0	5. 50	5. 93
20	5. 55	5. 94
40	5. 61	5. 96
70	5. 98	6. 14
90	6. 35	6. 47
140	6. 45	6. 53

## 【0075】実験例4

実験例2で得られた押出し成形試料1を用い、これを実験例1と同じサイズのスパッタ用押出し成形試料1とした。このスパッタ用押出し成形試料1を用いて実験例3と同様にして基板上にA1-Ni合金アモルファス薄膜を得た。得られた薄膜を押出し成形薄膜1とし、実験例3と同様に薄膜の中心から径方向に、表1に示す部分のNi含有率を測定した。得られた結果を表1に示す。

【0076】表1より明らかなように、押出し成形薄膜1のNi含有率は、中心付近で低いことがわかる。一方、薄膜1では中心付近のNi含有率がターゲットのNi含有率に近く、さらに中心から径方向にNi含有率の変化が少ない。

\* 表 2

## \* 【0077】実験例5

Ni含有量を10wt%としたほかは実験例1と同様にして直径12.7mm、厚さ5mmの加圧成形体試料3(Ni含有量10wt%)を得た。

【0078】実験例1と同様にして得た加圧成形体試料2と加圧成形体試料3とをそれぞれ10試料用い、実験例3と同じ条件でそれぞれ10個のA1-Ni合金アモルファス薄膜を成膜した。

20 【0079】得られた各薄膜のターゲット中心位置のNi含有率を実験例3と同様に測定した。Ni含有率の平均値のバラツキ範囲を表2に示す。

## 【0080】

## 【表2】

ターゲットの Ni含有量 (wt%)	成膜した薄膜のターゲット直上部分の Ni含有率のバラツキ範囲 (wt%)	
	押出し成形品	加圧成形品
8	7. 1~8. 0	7. 9~8. 1
10	8. 7~9. 8	9. 8~10. 1

## 【0081】実験例6

Ni含有量を8wt%および10wt%としたほかは、実験例2と同様にして押出し成形法による押出し成形試料2(Ni含有量8wt%)および押出し成形試料3(Ni含有量10wt%)を得た。

【0082】押出し成形試料2と押出し成形試料3とをそれぞれ10試料用い、実験例5と同様にしてA1-Ni合金アモルファス薄膜を成膜した。

【0083】得られた各薄膜のターゲット直上中心位置のNi含有率を実験例5と同様に測定した。Ni含有率の平均値のバラツキ範囲を表2に示す。

## 【0084】実験例7

原料A1とNiとをNi含有量が6wt%となるように秤量、混合し、それぞれ700°Cで溶融した。これをそれぞれN<sub>2</sub>ガスを用いるガスアトマイズ法により、平均粒径が50μmの粉末を得た。この粉末に、さらに平均粒

\* 径5μmのNiA1の粉末を、加圧成形後のNi含有量が8wt%となる量添加し、Vミキサーを用いて2時間混合し、得られた混合粉末を、超硬(WC)製の型に充填し、室温で4t/cm<sup>2</sup>、大気中で20秒間加圧成形を行い、直径12.7mm、厚さ5mmのA1-Ni合金スパッタ用ターゲットを得た。

40 【0085】実験例1と同様にして、得られたターゲットのSEMによる組成像を得、組成像から平均粒径が5μm以下のNiリッチの微細粒を含有するグレインをもち、さらにグレイン周囲にNiリッチの微細粒が分布していることを確認した。

【0086】また、このターゲットを用い、実験例5と同様の薄膜を作製したところ、実験例5と同様のNi含有率の平均値のバラツキ範囲であった。

## 【0087】実験例8

前記MとしてMg、Ti、Zr、Hf、V、Nb、T

17

a、Cr、Mo、W、Mn、Fe、Co、CuおよびZnを用い、A1とこれらのMとをそれぞれのM含有量が6wt%となるように秤量、混合し、Mの種類に合わせて700~1500°Cの範囲で溶融した。なお、Mはそれぞれ単独でA1と混合した。これをそれぞれN<sub>2</sub>ガスを用いるガスアトマイズ法により、平均粒径が50μmの粉末を得た。この粉末を、それぞれ実験例1と同様にして加圧成形し、直径127mm、厚さ5mmの加圧成形体試料を得た。

【0088】得られたそれぞれの加圧成形体試料を用い、実験例1と同様にして、得られたターゲットのSEMによる組成像を得た。その結果、組成像から平均粒径が5μm以下のそれぞれのMリッチの微細粒を含有するグレインが認められ、さらにグレイン近傍のバウンダリー層中に平均粒径がより大きいMリッチの第2の微細粒が分布していることを確認した。

【0089】また、このターゲットを用い、実験例5と同様の薄膜を作製したところ、実験例5より若干は劣るが、M含有率のバラツキの少ない膜が得られた。

#### 【0090】実験例9

ポリカーボネートを射出成形して86mm径、厚さ1.2mmの基板サンプルを得た。この基板上に、SiNx(x=1.1)の第1の誘電体層を高周波マグネットロൺスパッタにより層厚900Åに設層した。次に、この第1の誘電体層上に、Tb<sub>20</sub>Fe<sub>74</sub>Co<sub>6</sub>の組成を有する記録層を、スパッタにより層厚200Åに設層した。

【0091】さらに、この記録層上に、La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 30モル%、SiO<sub>2</sub> 20モル%およびSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 50モル%を含有する膜厚200Åの第2の誘電体層を高周波マグネットロൺスパッタにより形成した。

【0092】この第2の誘電体層上に、Ni含有量6wt%、Ni含有量8wt%およびNi含有量10wt%のそれぞれのターゲットを用い、高周波マグネットロൺスパッタによりNi含有量が6wt%、8wt%および10wt%で、以下の膜厚の金属反射層を設層した。Ni含有量6wt%および8wt%のターゲットを用いたものでは、膜厚を500、600および700Åとした。また、Ni含有量10wt%のターゲットを用いたものでは、膜厚を600、700および800Åとした。

【0093】得られた9種それぞれの試料の金属反射層上に保護コートを設層した。保護コートは、オリゴエヌテルアクリレートを含有する紫外線硬化型樹脂を塗布した後、紫外線硬化して5μm厚の膜厚とした。これを光磁気記録ディスクサンプルとして最適記録パワー(P<sub>0</sub>)を以下の方針で測定した。得られた結果を図7に示す。

【0094】<最適記録パワー(P<sub>0</sub>)測定法>ディスクをCLV1.4m/sで回転し、780nmの連続レーザ光を照射しつつ2000eの印加磁界で磁界変調して、EFM信号を記録した。記録パワーを変化させて3T信号

18

のジッタを測定し、ジッタが40nsecを切るパワーP<sub>min</sub>を測定し、最適記録パワーP<sub>0</sub>=1.4×P<sub>min</sub>を算出した。

【0095】図7に示すように、金属反射層の厚さが同じ場合、Ni含有率を増やすとP<sub>0</sub>が低下する。また、金属反射層の厚さを厚くするとP<sub>0</sub>は高くなるが、Ni含有率を増やすことで金属反射層の厚さの変化に対するP<sub>0</sub>の変化量が低下する。すなわち、金属反射層の製造に際し、金属反射層中のNi含有率を増やすことで、膜厚を厚くすることができ、製造上の膜厚制御マージンが広がり、製造上の大きなメリットとなる。

#### 【0096】実施例1

原料A1とNiとをNi含有量が8wt%となるように秤量、混合し、700°Cで溶融した。これを用いて、N<sub>2</sub>ガスを用いるガスアトマイズ法により、平均粒径が50μmの粉末を得た。この粉末を、図1に示すターゲット部2となる部分とバッキングプレート部3となる部分との寸法が、それぞれ径が129mmで高さが7mmおよび径が172mmで高さが7mmとなるカーボン製の型に充填し、640°C、130kg/cm<sup>2</sup>、10<sup>-2</sup>Torrで10分間HPによる加圧成形を行なった。得られた成形物を用い、径が127mmで、高さが6mmのターゲット部2と、径が170mmで、高さが6mmのバッキングプレート部3となるように旋削加工した。得られたターゲット部2とバッキングプレート部3とが一体的に連続したターゲット(以下、一体型ターゲット)の表面粗度R<sub>max</sub>は5μmであった。なお、10枚を旋削加工した際、加工に要した時間は、1枚あたり平均30分であった。

【0097】また、加工取りしろは、加圧成形品の17%であった。

【0098】次いで、得られたターゲットに対し、IPAを用いて蒸気洗浄を行なった。

【0099】表面粗度R<sub>max</sub>は、通常の触針式表面粗さ計を用い、JIS B-0601に記載されている方法で測定した。

#### 【0100】比較例1

実施例1で用いた粉末を、径が129mmで、高さが8mmとなるようにカーボン性の型に充填し、実施例1と同様にHPによる加圧成形を行なった。得られた成形物を用い、径が127mmで、高さが6mmとなるように旋削加工した。得られたターゲットの表面粗度R<sub>max</sub>は5μmであった。このターゲットを、径が170mmで、厚さが6mmの無酸素銅(FOC)製のバッキングプレートに、Inを用いて200°C、加圧力3kg/cm<sup>2</sup>で、大気中でボンディングして、ターゲット(以下、ボンディング型ターゲット)を得た。なお、接着面積がターゲット面積の90%以上あることを確認した。

【0101】次いで、得られたターゲットに対し、IPAを用いて蒸気洗浄を行なった。

#### 【0102】比較例2

19

原料A1とNiとをNi含有量が8wt%となるように秤量、混合し、700°Cで溶融した。これを用いて、450°C、押出比1/10で押出し成形を行ない、172mm×172mm角で、厚さ14mmに切り出して押出し成形品を得た。これを、径が172mm、高さが14mmとなるように加工した後、旋削加工を行なった。径が127mmで、高さが6mmのターゲット部2と、径が170mmで、高さが6mmのバックングプレート部3となるように旋削加工した。得られたターゲット部2とバックングプレート部3とが一体的に連続したターゲット（以下、押出し一体型ターゲット）の表面には、局部的に10~100μm程度の深さと径をもつ脱落部が多数認められた。この脱落部は、押出し成形品の断面を鏡面加工し、走査型電子顕微鏡で観察すると、10~100μm程度に異常粒成長した金属間化合物が存在することから、この金属間化合物が旋削加工時に脱落したものと考えられる。また、脱落部を除く表面粗度R<sub>max</sub>は5μmであった。なお、実施例1と同様の条件で旋削加工を行なうと、押出し方向に異方性をもつために成形品にそりが発生し、加工速度をあげることができず、10枚を加工した際の、1枚あたりの平均加工時間は60分であった。

【0103】また、加工取りしろは、押出し成形品の約4.9%であった。

【0104】次いで、得られたターゲットに対し、IPAを用いて蒸気洗浄を行なった。

#### 【0105】試験例1

実施例1および比較例1で得られた洗浄済みターゲットを各10枚用い、高周波マグネットロンスパッタにより、RFパワー750Wで常法によりスパッタを行なった。その結果、それぞれのターゲットの放電が安定するまでに要した時間は、実施例1のターゲットでは10分間、比較例1のターゲットは30分間であった。すなわち、比較例1のターゲットがポンディング工程で汚染されていることを示した。

#### 【0106】試験例2

実施例1および比較例1で得られた洗浄済みターゲットを各10枚用い、スパッタ投入電力を2kW、2.5kWおよび3kWとし、実施例2と同様にしてスパッタを行なった。得られた平均スパッタレートは、実施例1、比較例1ともに同じで、投入電力にほぼ比例して向上し、両ターゲットともに2kWでは1300A/min、2.5kWでは1600A/min、3kWでは2000A/minであった。ただし、比較例1の3kW投入例では、10枚中の3枚に異常放電が認められた。すなわち、Inを用いてポンディングしているため、投入電力が大きくなると、このInが半溶融し、異常放電が発生したものである。

#### 【0107】実施例2

実施例1で得られたターゲットのバックングプレート部の冷却媒体が接触する面にNiの無電解メッキを施し、10μmの皮膜を形成した。

20

【0108】実施例2で得られたターゲットを実施例1と同様にIPAを用いて蒸気洗浄し、実施例4と同様にスパッタを行なった。すなわち、図1に示す直接冷却方式の装置により、冷却媒体として水を用いてDCスパッタを行なった。10時間経過後に冷却媒体が接触する部分を観察したところ、腐食等の変化は認められなかつた。

#### 【0109】実施例3

原料A1とNiとをNi含有量が6wt%となるように秤量、混合したほかは、実施例1と同様にして、一体型ターゲットを制作した。

#### 【0110】比較例3

原料A1とNiとをNi含有量が6wt%となるように秤量、混合したほかは、比較例1と同様にして、ポンディング型ターゲットを得た。

#### 【0111】比較例4

原料A1とNiとをNi含有量が6wt%となるように秤量、混合したほかは、比較例2と同様にして、押出し一体型ターゲットを得た。

#### 【0112】試験例3

実施例3、比較例3および比較例4で得られたそれぞれのターゲットを各10枚用い、このターゲットを固定し、バックングプレート部3の冷却媒体が接触する面に對し、水を用いて5kgf/cm<sup>2</sup>の圧力で加圧し、ターゲットの中央変位量を測定した。

【0113】実施例3および比較例3のターゲットの変位量は200~300μmの範囲で、変位方向に異方性は認められなかつた。一方、比較例4のターゲットは、押出し方向により変位量が異なり、特にバックイン12部分

30の変位量の差により、冷却媒体21の密閉性が劣化し、バックイン12部分に、冷却媒体のものが認められた。

【0114】以上、実験例、実施例、比較例および試験例から明らかなように、本発明の一体型ターゲットは、例えば光磁気記録媒体等の金属反射層などの成膜に用いたとき、膜中の合金組成が均一で、金属反射層等の特性のバラツキが少なく、さらに合金構成成分の含有率を高くすることが可能で、金属反射層等の熱伝導率を低下させることができ、例えばより一層高い記録感度をもつ光磁気記録媒体等の光記録媒体が得られ、さらにポンディング工程での汚染がなく、スパッタレートが向上し、加工性が改善されて加工時間が短く、加工取りしろがすくないA1合金スパッタ用ターゲットとなる。

【0115】また、図1に示す直接冷却方式の装置によりスパッタを行なう際、好ましくはバックングプレート部3の冷却媒体21と接触する部分に耐食性皮膜を形成することで、腐食が防止される。さらに、冷却媒体21に対する耐圧についても、本発明の一体型ターゲットは、実用上問題なく使用可能であることがわかる。

#### 50 【図面の簡単な説明】

21

【図1】本発明のAl合金スパッタ用ターゲットの一例と、直冷式スパッタ装置の一部を示す模式部分断面図である。

【図2】本発明のAl合金スパッタ用ターゲットの一例と、間冷式スパッタ装置の一部を示す模式部分断面図である。

【図3】(a)および(b)は、粒子の構造を示す図面代用写真であって、加圧成型体のAl-Ni合金スパッタ用ターゲット(Ni含有量6wt%)の走査型電子顕微鏡(SEM)の組成像である。

【図4】(a)および(b)は、粒子の構造を示す図面代用写真であって、加圧成型体のAl-Ni合金スパッタ用ターゲット(Ni含有量8wt%)の走査型電子顕微鏡(SEM)の組成像である。

【図5】(a)および(b)は、粒子の構造を示す図面代用写真であって、押出し成型体のAl-Ni合金スパッタ用ターゲット(Ni含有量6wt%)の押出し方向と平行の断面の走査型電子顕微鏡(SEM)の組成像である。なお、押出し方向は、図面横方向である。

【図6】(a)および(b)は、粒子の構造を示す図面 20

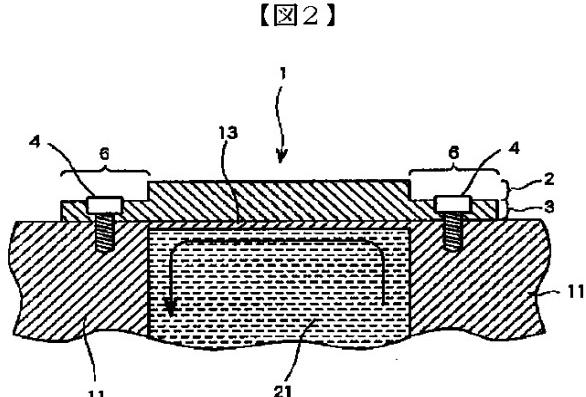
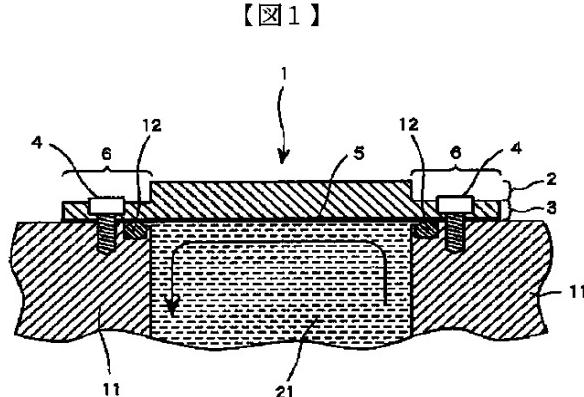
22

代用写真であって、押出し成型体のAl-Ni合金スパッタ用ターゲット(Ni含有量6wt%)の押出し方向と垂直の断面の走査型電子顕微鏡(SEM)の組成像である。

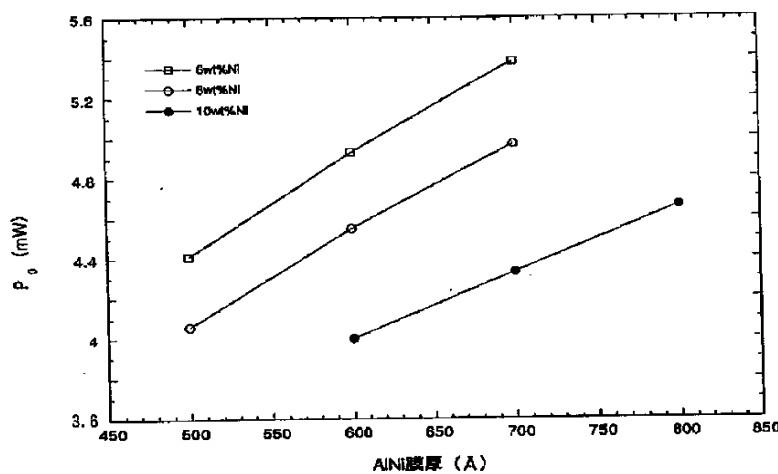
【図7】加圧成型体のAl-Ni合金スパッタ用ターゲットを用いて成膜した金属反射層をもつ光磁気記録ディスクの、金属反射層厚さと $P_0$ との関係を示すグラフである。

#### 【符号の説明】

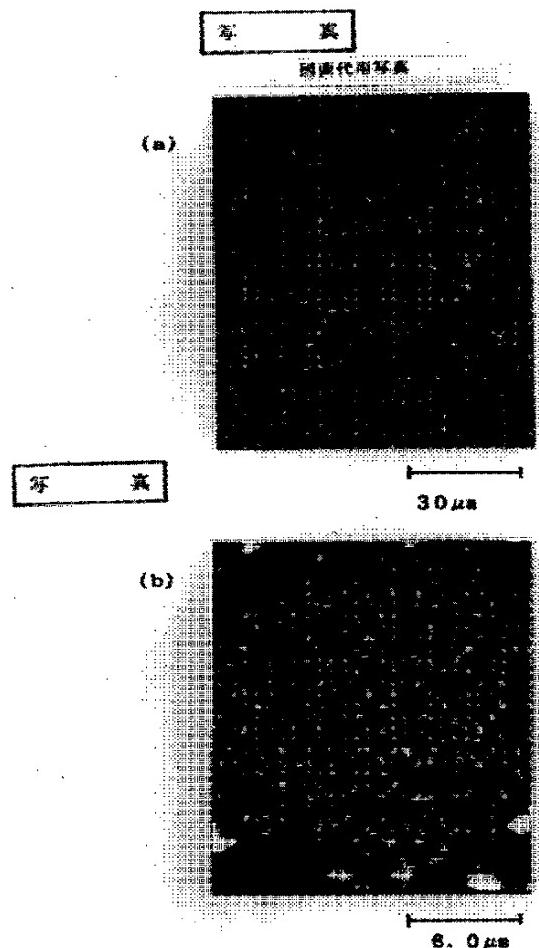
- |    |                  |
|----|------------------|
| 10 | 1 Al合金スパッタ用ターゲット |
|    | 2 ターゲット部         |
|    | 3 バッキングプレート部     |
|    | 4 固定用ねじおよびねじ穴    |
|    | 5 耐食性被膜          |
|    | 6 フランジ部          |
|    | 11 スパッタ装置(部分)    |
|    | 12 パッキン          |
|    | 13 冷却部           |
| 21 | 冷却媒体             |



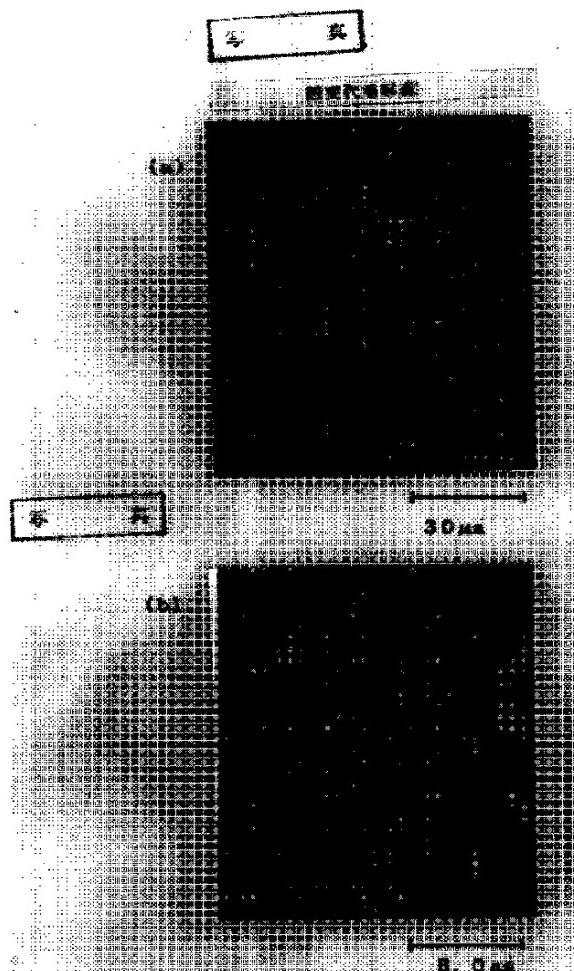
【図7】



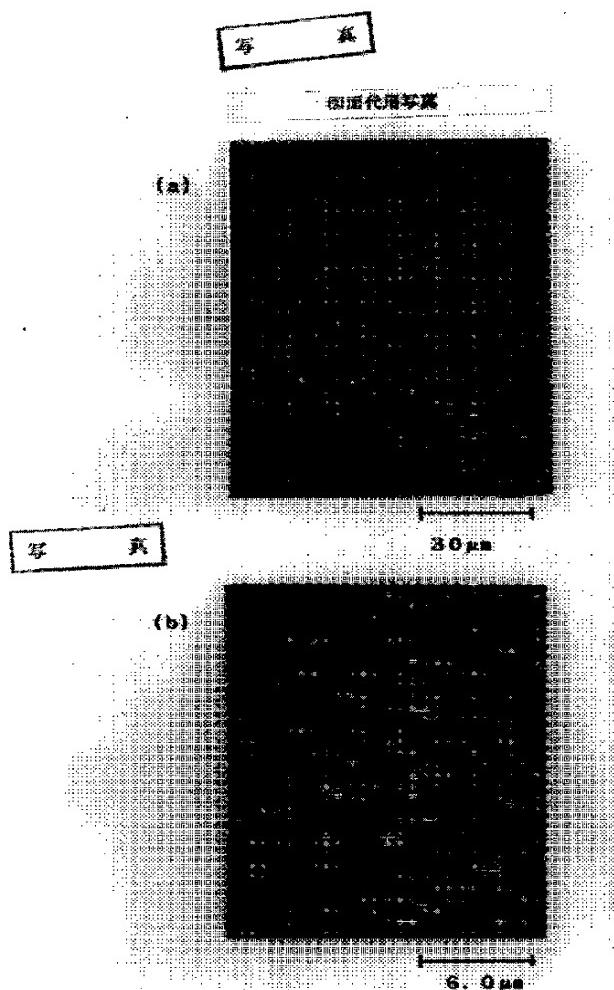
【図3】



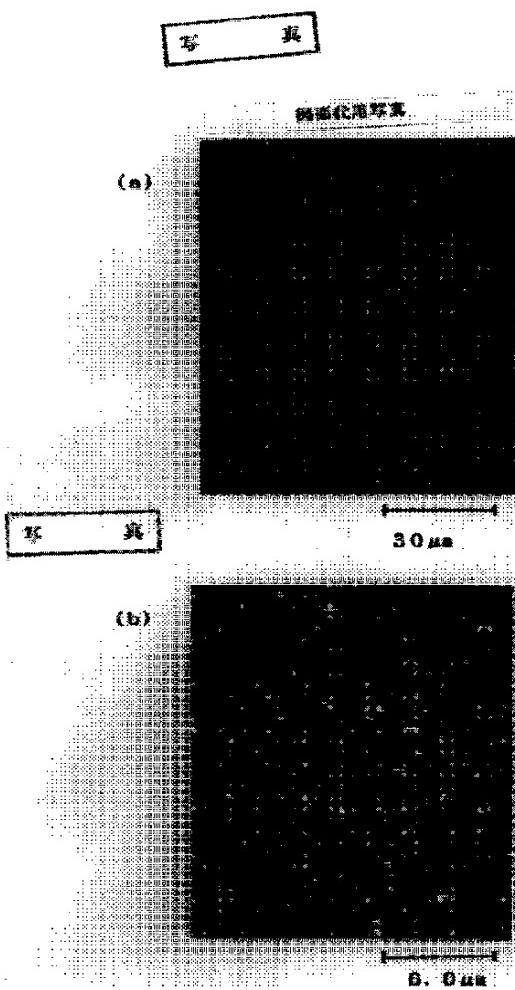
【図4】



【図5】



【図6】



**PAT-NO:** JP407268617A  
**DOCUMENT-IDENTIFIER:** JP 07268617 A  
**TITLE:** TARGET FOR AL ALLOY SPUTTERING AND ITS PRODUCTION  
**PUBN-DATE:** October 17, 1995

**INVENTOR-INFORMATION:**

<b>NAME</b>	<b>COUNTRY</b>
MORITA, TAKESHI	
KAWAGUCHI, YUKIO	
MATSUBUCHI, SACHIKO	

**ASSIGNEE-INFORMATION:**

<b>NAME</b>	<b>COUNTRY</b>
TDK CORP	N/A

**APPL-NO:** JP06087869

**APPL-DATE:** March 31, 1994

**INT-CL (IPC):** C23C014/34 , C22C001/04 ,  
G11B007/26 , G11B011/10 ,  
G11B011/10

**ABSTRACT:**

**PURPOSE:** To obtain a highly workable target for Al alloy sputtering capable of forming a uniform and high-quality film by forming an Al alloy

having a specified grain on the target part and on a wide backing plate integrally continued from the rear of the target.

CONSTITUTION: An Al-M alloy (M is Mg, Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Fe, Co, Ni, Cu or Zn) is formed on the target 2 part and on a backing plate 3 integrally continued from the rear of the target, provided with a flange 6 and made wider than the target part to obtain a target 1 for Al alloy sputtering. The alloy is specularly finished, and the grain observed by a scanning electron microscope contains the fine particles having about  $5\text{ }\mu\text{m}$  average diameter and rich in the M. The content of the M is controlled to 1-40wt.%, and further 0.02-1.0% Si, if necessary, and further 2-40% Ni are preferably incorporated. The target is obtained by compacting the alloy powder and cutting the compact.

COPYRIGHT: (C) 1995, JPO